

BEST AVAILABLE COPY

Inventors: Yoshihiko GOTOH et al  
Serial No.: 09/863 750  
Filing Date: May 23, 2001

日 本 国 特 許 庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて  
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed  
with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2000年 5月30日

願 番 号  
Application Number: 特願2000-160920

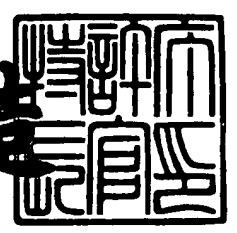
願 人  
Applicant(s): 東ソー・クォーツ株式会社

CERTIFIED COPY OF  
PRIORITY DOCUMENT

2001年 2月23日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3011895

【書類名】 特許願

【整理番号】 2K0P021

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C03B 5/16  
C03B 20/00

【発明者】

    【住所又は居所】 山形県酒田市本川 8 5 - 1

    【氏名】 後藤 吉彦

【発明者】

    【住所又は居所】 山形県東田川郡三川町猪子 3 3 1

    【氏名】 佐藤 新一

【特許出願人】

    【識別番号】 390005072

    【氏名又は名称】 日本石英硝子株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100108327

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 石井 良和

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 045230

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 図面 1

    【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 石英ガラスの製造方法及び製造装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 回転する炉の上部からシリカ粉を落下させて炉底中央部に積層させ、加熱溶融して炉の外周方向に伸展させてインゴットとする石英ガラスの製造方法。

【請求項 2】 請求項 1 において、補助バーナーにより熱を供給し、メインバーナーで溶融して積層した石英ガラスインゴットの温度をさらに上昇させて石英ガラスを流動させる石英ガラスの製造方法。

【請求項 3】 請求項 1 または 2 のいずれかにおいて、溶融熱源は酸水素火炎である石英ガラスの製造方法。

【請求項 4】 回転する炉と、炉天井にシリカ粉を炉底中央部に落下させる供給部及びバーナーが取り付けられている石英ガラスの製造装置。

【請求項 5】 請求項 4 において、炉を水平方向に揺動させる装置が設けられている石英ガラスの製造装置。

【請求項 6】 請求項 4 または 5 のいずれかにおいて、ホッパーの下端に設けた取り出し口、ホッパー下部に設けた回転テーブル、回転テーブル上に設けた掻き取り板、該掻き取り板の上流側に設けた粉体均し板からなる粉体供給装置によってシリカ粉を供給部に供給する石英ガラスの製造装置。

【請求項 7】 請求項 4 ～ 6 のいずれかにおいて、少なくとも炉の側壁部分を炭化珪素質レンガとした石英ガラスの製造装置。

【請求項 8】 請求項 4 ～ 7 のいずれかにおいて、炉底部にジルコニア粒子が敷き詰められている石英ガラスの製造装置。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】 本発明は、平板型であるスラブ状の石英ガラスのインゴットを製造する方法及び装置に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】 シリカ粉を熱で溶融する石英ガラスの製造方法には種々あり、

熱源には、水素－酸素、プロパン－酸素などの火炎、アーク、高周波や真空の電気炉などが採用されているが、特公昭46-42111号公報などにあるように、溶融シリカを回転するターゲット上に堆積して、堆積部を定速で降下、冷却して積層し、砲弾型であるコラム状の石英ガラスインゴットを製造する方法が一般的である。また、特開平4-325425号公報にあるように、プラズマアークでシリカ粉を溶融し回転台上に積層する方法があるが、いずれも製造されたインゴットは細長いコラム形状である。

## 【0003】

## 【発明が解決すべき課題】

不純物が少なく化学反応しない石英ガラス、中でもシリカ粉を溶融した石英ガラスは、合成石英ガラスに比べて耐熱性に優れているため半導体の製造装置に多用されているが、半導体の製造効率を上げるため半導体ウェーハが大型化されてきており、これに伴って石英ガラスも大きなインゴットが要求されるようになった。しかし、従来の製造方法で製造された石英ガラスインゴットは長尺のコラム状であり、断面が小さく、径の大きな石英ガラス製品に対応できなかった。

## 【0004】

このため、コラム状インゴットを再溶融して大きなインゴットに成形する方法が採られているが、微細な泡や不純物の混入、歪の発生など、二次成形汚染による純度や均質性の低下の問題があり、再成形することなしにシリカ粉を溶融して直接大きなインゴットを製造することが望まれている。

## 【0005】

## 【課題を解決するための手段】

回転する炉底の中央部にシリカ粉を落下積層させ、加熱溶融して炉の外周方向に均一に伸展させて径大のスラブ状のインゴットを得た。

また、回転する炉と、炉天井にシリカ粉を炉底中央部に落下させる供給部と炉内を加熱するバーナーを取り付けた石英ガラスの製造装置によってスラブ状のインゴットを製造可能とした。

また、炉に一定量のシリカ粉を供給するため、ホッパーから取り出される粉体を回転テーブルで受け、回転テーブル上に設けた掻き取り板によって、一定量の

粉体が供給されるようにした。

また、溶融石英ガラスと反応せず、また、剥離性がよく、耐熱性に優れた炭化珪素質レンガを炉内耐火物として使用することで大型形状のスラブ状インゴットの製造を可能とした。

#### 【 0 0 0 6 】

##### 【発明の実施の形態】

炉 1 は、モータで回転駆動されるフレイムにアルミナレンガが敷きつめてあり、側壁部は製造するインゴットの外形に合わせて炭化珪素質レンガを適宜の形状に配列したものである。側壁 1 1 の外側には断熱保温のためにアルミナ多孔質レンガとアルミナレンガを二重に配置してある。炉の上部は開放してあり、炉天井 2 が間隙 S をあけて配置される。

炉天井 2 は、アルミナレンガや多孔質レンガ、またはジルコニア系レンガ等の耐熱性を有するレンガを配列したものであり、バーナー 6 の取り付け穴や炉内を監視する窓を設ける穴が形成してある。

#### 【 0 0 0 7 】

炉 1 を構成するレンガの材料としては、 $MgO$  や  $MgO-Al_2O_3$  などのマグネシア系レンガや  $CaO$  などの塩基性耐火物は石英ガラスを溶融する高温に耐えきれず、また、溶融石英ガラスと激しく反応するので使用することができない。

#### 【 0 0 0 8 】

また、 $Al_2O_3$  の中性耐火物は、耐熱性は十分であるが、溶融石英ガラスと反応するため好ましくなく、溶融石英ガラスと直接接触する部分には使用することができない。

#### 【 0 0 0 9 】

炭化珪素質耐火物は耐熱性が高く、石英ガラスの剥離性が良好で、強度も十分であるので、溶融石英ガラスと直接接触する側壁材として適している。なかでも、酸化珪素 ( $SiO_2$ )、または、窒化珪素 ( $Si_3N_4$ ) をバインダーとした炭化珪素質レンガが好ましく、より好ましいのは窒化珪素をバインダーとした窒化珪素結合炭化珪素質レンガ ( $SiC 80\%$ 、 $Si_3N_4 20\%$ ) である。

#### 【 0 0 1 0 】

炉 1 に使用するレンガは、使用に先立って表面を焼成し、熔融石英ガラスとの接触面となるレンガ表面に付着した金属不純物を除去する。また、レンガの微細破片は発泡剤としての機能を有し、接触した熔融石英ガラスに微細な泡を発生させ、失透を起こす原因となるので、この表面の微細破片を焼成によって除去する。

#### 【 0 0 1 1 】

炉底は、バーナーからの熱を直接受けるので炉内に面した部分にはアルミナレンガよりも耐熱性に優れる  $ZrO_2-SiO_2$  系のジルコン質レンガを用いるのが望ましい。しかし、ジルコン質レンガは、アルミナレンガ同様、直接石英ガラスに接触すると反応し、製品が割れたり、炉からの取り出しが困難になる等の問題が発生するため、製品と炉底レンガが剥離するように  $\phi 2 \sim \phi 10$  mm の耐熱性に優れ、剥離性の良いジルコニア粒子を炉底レンガの上一面に薄く敷き詰める。

粒子状とすることにより、加熱、冷却時のガラスとの熱膨張率差による影響も緩和することができる。

#### 【 0 0 1 2 】

原料のシリカ粉はホッパー 3 に貯蔵されており、ホッパー 3 には振動を加えてシリカ粉が詰まらないようにする。

図 3 に示すように、ホッパー 3 の下端には開口度を調節できる取り出し口 3 0 が設けてあり、その下側に回転テーブル 3 1 が設置してある。回転テーブル 3 1 には、均し板 3 2 が設けてあり、この均し板 3 2 の下縁は回転テーブル面から間隔をおいて取り付けられてあり、この間隔は調節可能である。

#### 【 0 0 1 3 】

ホッパー 3 から供給された粉体は、回転テーブル 3 1 の回転にともなって均し板 3 2 に衝突し、均し板 3 2 の下縁と回転テーブルの間隔の厚みに均される。この均し作業の際の余剰の粉体は、回転テーブル 3 1 の外周縁に設けられた粉体回収ホッパー 4 に回収されホッパー 3 等に戻される。

均し板 3 2 の下流側には均し板 3 2 と同様の構成の掻き取り板 3 3 が設置してある。

#### 【 0 0 1 4 】

この掻き取り板 3 3 は、均し板 3 2 で一定厚さに均された粉体を回転テーブル 3 1 の半径方向外側に掻き出し、回転テーブル 3 1 の下に設けた供給ホッパー 5 に落下させるようにしたものである。掻き取り板 3 3 は、回転テーブル 3 1 の外縁から回転中心に延びている。掻き取り板 3 3 の長さ、回転テーブル 3 1 の回転速度、及び均し板 3 2 の下縁と回転テーブル 3 1 の間隔を調整することで供給ホッパー 5 への供給量を調節することができる。供給ホッパー 5 に落下したシリカ粉は、打点記録計で落下量が監視、制御され、適宜の手段で炉 1 に送り込まれる。

#### 【 0 0 1 5 】

石英ガラスの原材料であるシリカ粉は、珪石、珪砂、水晶粉やシリコンアルコキシドを塩酸、或いは、アンモニア触媒下で加水分解して得たシリカを焼成したものや、アルカリ金属珪酸水溶液と酸とを反応させて得たシリカを精製し、焼成したものなどを使用する。また、シリカ粉の粒度は、40～250メッシュの範囲のものが好ましく、より好ましくは80～100メッシュであり、供給速度は、製造する石英ガラスが透明材であるか不透明材であるかなどの用途や形状等に応じて1.0～10Kg/Hrとする。

#### 【 0 0 1 6 】

図4に示すバーナーは、公知の石英ガラス製のバーナーであり、水素と酸素の供給管、及びシリカ粉の供給管を有するものである。

このバーナーが炉天井2の耐熱レンガに設けた穴に図1及び図2に示すようにバーナー先端が炉天井2より突出するように取り付けられる。

#### 【 0 0 1 7 】

製造するインゴットの大きさ、すなわち炉の大きさに応じて、図2に示すように、シリカ粉供給装置を有するメインバーナー61に加えて補助バーナー62を一個、若しくは複数個設ける。補助バーナー62により炉内に熱を供給し、メインバーナー61で溶融、積層した石英ガラスを更に加熱して温度を上昇させて流動させ、炉の外周方向に更に伸展させる。

#### 【 0 0 1 8 】

補助バーナー62の火炎の方向は、鉛直方向だけでなく、適宜の方向に傾斜さ

せ、炉全体が均一な温度分布になるように配置する。炉内の温度を均一化するため、補助バーナー 6 2 をメインバーナー 6 1 の周囲に複数配列する。

なお、補助バーナー 6 2 は炉の回転順方向へ  $5 \sim 15^\circ$  傾斜させることが燃焼ガスの攪乱・干渉を防止する上で好ましい。

#### 【 0 0 1 9 】

炉 1 の底部には、ジルコニア粒子を 1 0 m m 程度敷き均し、炉底のレンガと熔融石英ガラスが直接接触するのを防止する。炉底のレンガと石英ガラスが反応するとクラック発生の原因となるので、炉底の状態に応じて敷き均し厚は調節する。

#### 【 0 0 2 0 】

炉天井 2 を炉の上に間隙 S を設けて設置し、炉 1 の回転とは独立させる。炉天井 2 に予め設けてあった穴にメインバーナー 6 1、また、必要に応じて補助バーナー 6 2 を取り付け、水素、酸素供給管をそれぞれ接続する。また、メインバーナー 6 1 のシリカ粉供給部には、供給ホッパー 5 からの供給管を接続する。供給系には、シリカ粉が詰まるのを防止するため適宜振動装置を付加する。

#### 【 0 0 2 1 】

メインバーナー 6 1 及び補助バーナー 6 2 に点火し、炉 1 を  $2 \sim 10 \text{ rpm}$  で回転させる。炉 1 は必要に応じて 1 ～ 3 時間予熱し、前述のようにレンガ表面の不純物及び微細破片を除去する。

#### 【 0 0 2 2 】

粉体供給装置 7 を作動させてメインバーナー 6 1 にシリカ粉を供給し、熔融を開始する。シリカ粉は炉天井 2 から炉底の中央部に落下し、バーナーの熱、または、熔融石英ガラスの熱容量によって熔融し、流動・伸展しながら積層されていく。炉内中央は、メインバーナー 6 1 と補助バーナー 6 2 で石英ガラスの熔融温度以上の約  $2000^\circ\text{C}$  に維持されており、また、炉 1 が回転しており、熔融石英ガラスが積層されていくに従い、炉の外周に向かって伸展していく。

#### 【 0 0 2 3 】

こうして流動・伸展されるため非常に泡の少ない石英ガラスインゴットを製造することができる。元来火炎熔融法は、連続的にシリカ粉を落下させ、落下点の



溶融状態の石英ガラスの熱容量でシリカ粉を溶融させるため、電気溶融法に比較して泡の少ない石英ガラスを製造できるという利点を有しているが、従来のコラム状のインゴットを得る方法では、熱容量が不足すると個々のシリカ粉の粒同士が溶融されて合体せず、粒の間の空間がそのまま残り泡となる確率が高いのであるが、本発明のように、炉の外周に向かって溶融石英ガラスを伸展させるものでは、伸展中に空間が埋められるため、泡の発生が極めて少なくなる。

## 【 0 0 2 4 】

炉 1 を石英ガラスの積層速度に合わせて垂直方向に自動的に降下させてバーナー 6 と石英ガラスとの間の距離を一定としたり、炉 1 を水平方向に 5 0 ～ 1 5 0 mm 程度揺動させることにより、溶融石英ガラスの伸展をより滑らかにすることができる。また、図 2 に示すように公転モータにより揺動を自転、公転の二重回転方式としてもよい。

## 【 0 0 2 5 】

溶融石英ガラスは伸展して炉 1 の側壁 1 1 に達し、側壁 1 1 のレンガの配列に合致した形状に形成される。したがって、側壁を四方に配置し、例えば 1 0 0 0 mm 角 × 厚さ 3 0 0 mm の正四角形状のインゴットとしたり、側壁 1 1 のレンガを多角形や丸形に配置して、多角形や丸形のスラブ状インゴットを製造することができる。

## 【 0 0 2 6 】

設定量のシリカ粉が炉 1 に供給されたら、粉体供給装置 7 を停止し、なおも加熱を続け、生成されたインゴットの中央部の盛り上がった部分が流動・伸展してほぼ平坦になったところで、水素及び酸素の供給を停止して消火し加熱を終了する。

## 【 0 0 2 7 】

消火後、炉 1 の回転を停止し、炉 1 の側壁 1 1 のレンガをはずして炉内部に生成された石英ガラスインゴットを取り出す。

なお、溶融終了後、メインバーナー 6 1 及び補助バーナー 6 2 の酸水素火炎で数時間程度インゴットをアニールすると、インゴット中央部の脈理が薄くなり、歪みが全体的に少なくなり、均質性  $\Delta n$  の値が改善される。

【 0 0 2 8 】

【発明の効果】

溶融した石英ガラスを炉内で伸展させてスラブ状とするので、希望する大きさのインゴットが得られる。

補助バーナーを配置することによって、大きなインゴットでも均質な石英ガラスとすることができる。

ホッパーから落下するシリカ粉を回転テーブル上で一定厚に均し、掻き取り板で掻き取るので、所定の量の粉体を安定的に供給することができる。

溶融石英ガラスと接触する部分の炉内耐火物を炭化珪素質レンガとしたので、高温で石英ガラスと反応することがなく、また、剥離性がよいので大型で任意の形状のスラブ状インゴットが製造できる。

本発明によって希望の大きさの石英ガラスインゴットを製造できるので、大型のウェーハの保持装置、搬送装置、及び洗浄治具、または、炉芯管などの半導体製造装置や大型基板などに使用することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 スラブ状インゴットの製造炉正面図。

【図 2】 補助バーナーを設けたスラブ状インゴット製造炉の正面図。

【図 3】 粉体供給装置の斜視図。

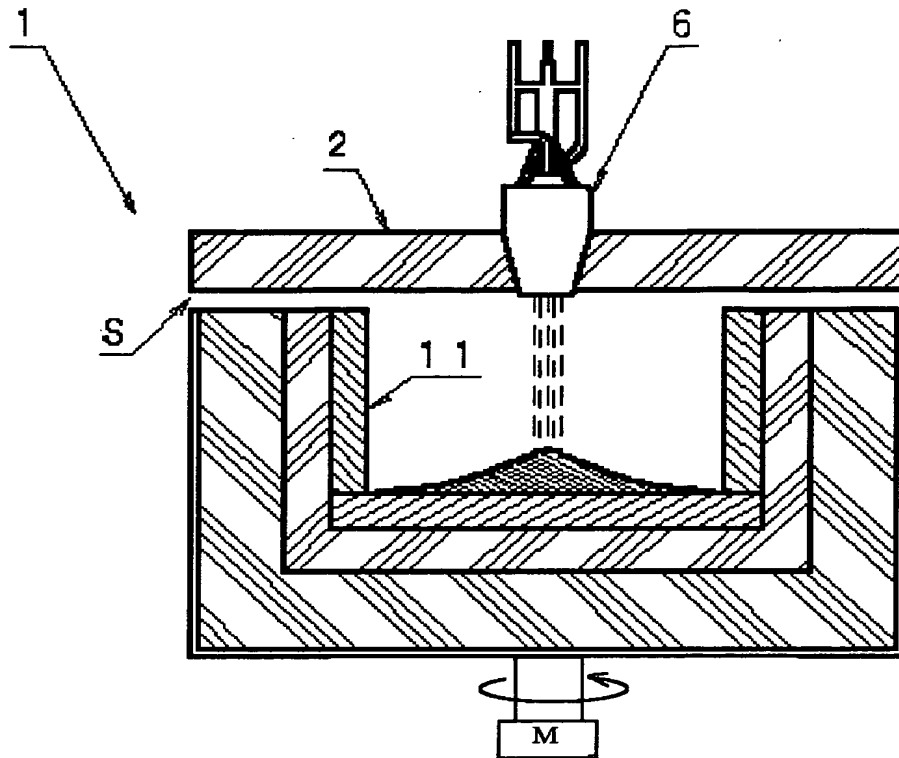
【図 4】 石英ガラス製バーナーの一例を示す断面図。

【符号の説明】

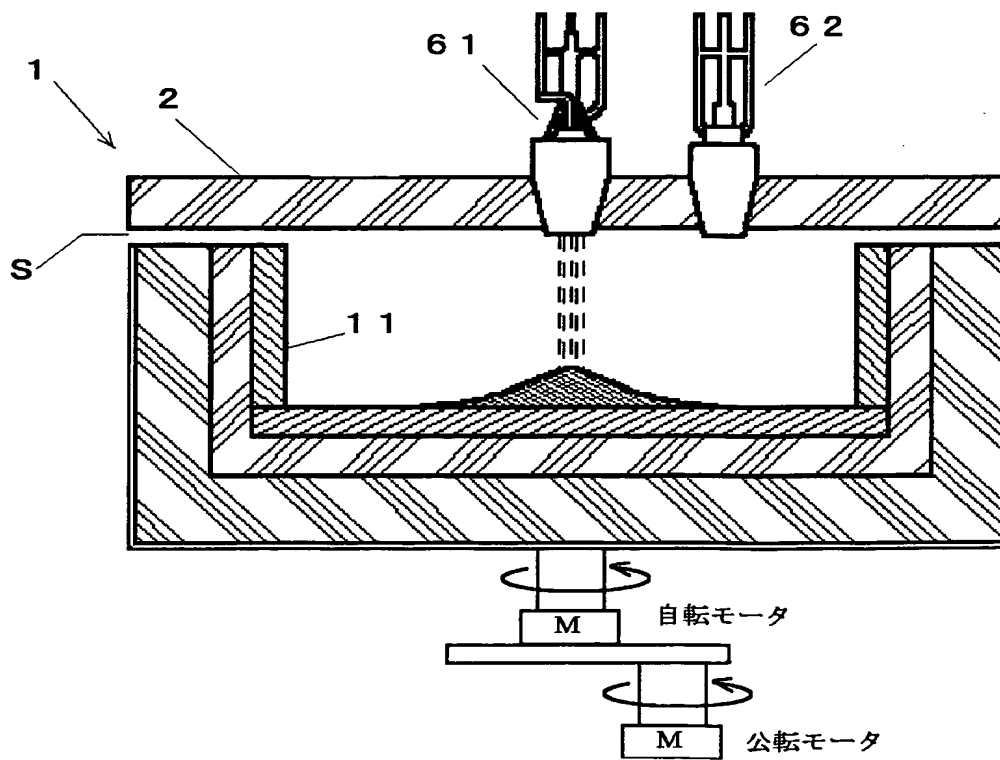
- 1     炉
- 1 1   側壁
- 2     炉天井
- 3     ホッパー
- 4     回収ホッパー
- 5     供給ホッパー
- 6 1   メインバーナー
- 6 2   補助バーナー
- 7     粉体供給装置

【書類名】 図面

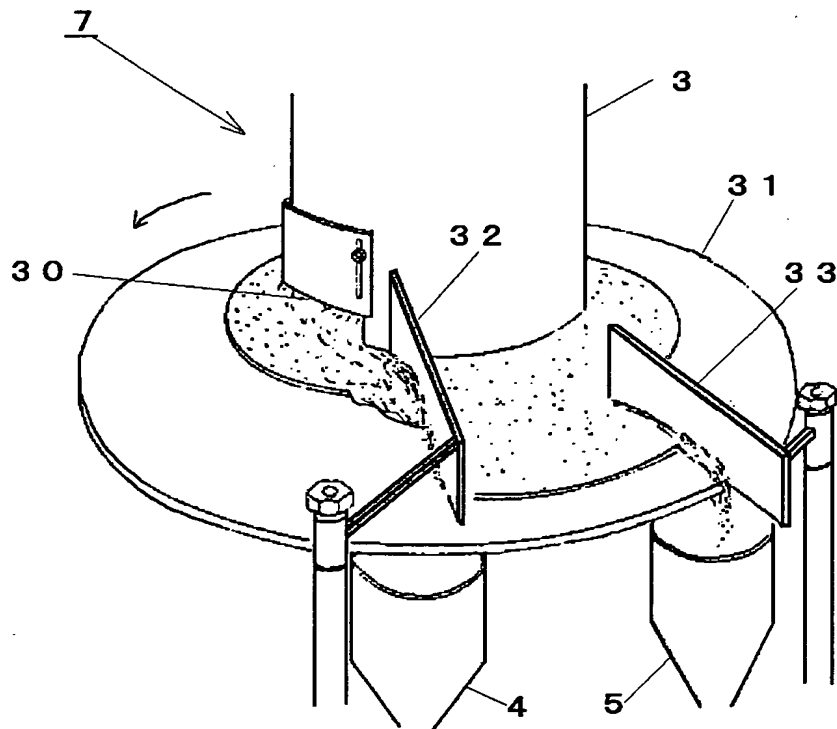
【図 1】



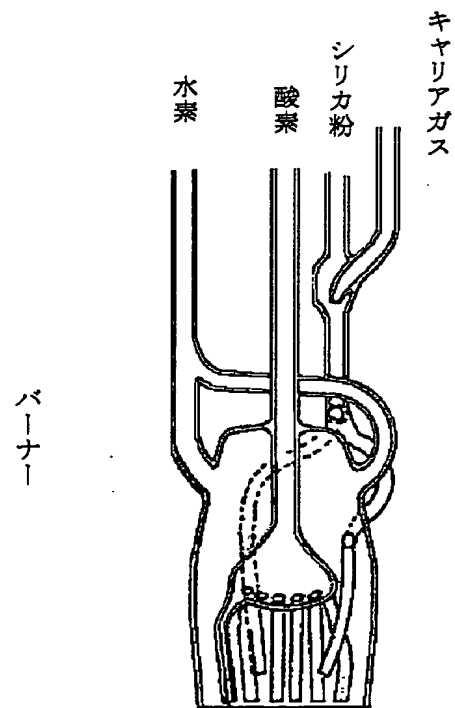
【図 2】



【図3】



【図4】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】シリカ粉を加熱溶融してスラブ状の大きな石英ガラスインゴットを製造できるようにする。

【解決手段】回転する炉 1 の上部の石英ガラス製バーナー 6 からシリカ粉を供給しながら溶融石英ガラスを炉底の中央に積層し、加熱と炉 1 の回転によって溶融石英ガラスを炉の外周へ伸展させ、スラブ状の石英ガラスインゴットを得る。

【選択図】図 1

認 定 ・ 付 加 情 報

特許出願の番号	特願 2 0 0 0 - 1 6 0 9 2 0
受付番号	5 0 0 0 0 6 7 0 1 0 8
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0 0 9 4
作成日	平成 1 2 年 5 月 3 1 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成12年 5月30日
-------	-------------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 3 9 0 0 0 5 0 7 2 ]

1. 変更年月日 1 9 9 9 年 5 月 1 4 日  
[変更理由] 住所変更  
住 所 山形県山形市立谷川三丁目 1 4 3 5 番地  
氏 名 日本石英硝子株式会社
2. 変更年月日 2 0 0 1 年 1 月 1 1 日  
[変更理由] 名称変更  
住 所 山形県山形市立谷川三丁目 1 4 3 5 番地  
氏 名 東ソー・クォーツ株式会社